

# ESTUDO CRISTALOQUÍMICO DE MINERAIS DO GRUPO DA MICROLITA NA MINA DO VOLTA GRANDE, VISANDO ELEMENTOS TERRAS RARAS.

## **Taís Proença Cidade**

Aluna de Graduação de Geologia 8º período, UFRJ

Bolsista de projeto CNPq, período setembro de 2014 a julho de 2015

[tais\\_cidade@hotmail.com](mailto:tais_cidade@hotmail.com)

## **Reiner Neumann**

Orientador, geólogo, D.Sc.

[rneumann@cetem.gov.br](mailto:rneumann@cetem.gov.br)

## **Ciro Alexandre Ávila**

Orientador, geólogo, D.Sc.

[avila@mn.ufrj.br](mailto:avila@mn.ufrj.br)

### **Abstract**

The work aims at the study of heavy minerals concentrate derived from the Volta Grande Mine in order to identify its main mineral constituents and the characterization of the rare earth elements carriers, emphasizing microlite. The sample from the Volta Grande Mine processing plant, already sieved in the 50, 106 and 53  $\mu$ m size fractions, was concentrated into light and heavy products using methylene iodide (S.G. = 3.32), and from the sunken products the ferromagnetic minerals were removed with a ferrite hand magnet. The remaining samples were further processed in a Frantz magnetic separator. The products of the +150  $\mu$ m fraction was analysed under a stereomicroscope and by Raman spectroscopy, SEM / EDS and XRD. Preliminarily mineralogical composition includes pyrite, ilmenite, garnet, clinzoisite, siderite, microlite, actinolite, albite, tantalite, amphibole, diopside, epidote, spinel, zircon, rutile and cassiterite. Rare earths elements minerals- monazite and xenotime -were only found as small inclusions in pyrite, siderite and ilmenite. Microlite, however, might contain cerium above detection level, from 0.03 to 0.17% Ce, and could account for most of the REE content in the concentrate.

**Keywords:** pegmatite, microlite, rare earths elements.

### **Resumo**

O trabalho tem como objetivo estudar um concentrado de minerais pesados oriundo da planta de concentração da Mina do Volta Grande, visando a identificação dos minerais e a caracterização daqueles que são os carreadores dos elementos terras raras, dando ênfase à microlita. As frações da amostra de concentrado da planta de beneficiamento da mina do Volta Grande, já classificada em 150, 106 e 53  $\mu$ m, foram separadas em meio denso (iodeto de metileno com  $d= 3,32$  kg/L), e dos pesados foram retirados os minerais magnético com imã de mão de ferrite. Sendo o restante processado no separador magnético Frantz. Os minerais dos produtos da fração +150  $\mu$ m foram caracterizados em microscópio estereoscópico e analisados por espectroscopia Raman,

MEV/EDS e DRX. A mineralogia da amostra inclui pirita, ilmenita, granada, clinzoisita, siderita, microlita, actinolita, albita, tantalita, anfibólio, diopsídio, epidoto, espinélio, zircão, rutilo e cassiterita. Minerais carreadores de ETR – monazita e xenotímio – só foram encontrados como finas inclusões em pirita, siderita e ilmenita. Microlita, no entanto, pode conter entre o limite de detecção até 0,17% de Ce, e poderia ser o principal carreador dos elementos no concentrado.

**Palavras chave:** Pegmatito, microlita, elementos terras raras.

## 1. INTRODUÇÃO

A Província Pegmatítica de São João Del Rei ocupa uma área de cerca de 70 por 20 km<sup>2</sup> e abrange os municípios de Nazareno, São Tiago, Cassiterita, São João del Rei, Ritópolis e Coronel Xavier Chaves, na porção sul do Estado de Minas Gerais. Nessa província, os corpos litíferos (com cassiterita, tantalita e microlita) concentram-se na área de Nazareno e foram denominados de enxame de pegmatitos do Volta Grande (LOUBACK *et al.*, 2014). Este enxame é representado por uma série de corpos (A, B, C, D, E, F), os quais formam grandes massas lenticulares, subhorizontais, ricas em espodumênio e, secundariamente, em lepidolita, com teores anômalos de Cs e Rb. A Mina do Volta Grande produz concentrados de cassiterita e de niobo-tantalatos com alto teor em Ta (principalmente microlita e tantalita) (PEREIRA *et al.*, 2004). A microlita ocorre isoladamente nos pegmatitos, principalmente na zona espodumênio-albita-lepidolita, mas pode ocorrer intercrescida com cassiterita e tantalita, e ter inclusões destes minerais (ANDRADE, 2007).

Os minerais do supergrupo do pirocloro, incluindo-se os do grupo da microlita, têm fórmula geral  $A_{2-m}B_2X_{6-w}Y_{1-n} \cdot pH_2O$ , onde **A** = Na, Ca, Mn, Fe<sup>2+</sup>, Sr, Sb, Cs, Ba, ETR, Y, Pb, Bi, Th e U; **B** = Ta (predominante), Nb, Sn, Ti, Al, Fe<sup>3+</sup>, Zr, e W; **X** = O<sup>2-</sup>, OH e F<sup>-</sup>; e **Y** = K, O<sup>2-</sup>, OH e F<sup>-</sup> (ATENCIO *et al.*, 2010). O interesse no estudo dos minerais do grupo da microlita na Mina do Volta Grande decorre da possibilidade de ocorrência de elementos terras raras (ETR) na ocupação do sítio A dos minerais.

Este trabalho integra o projeto “Caracterização tecnológica dos minérios e rejeitos dos pegmatitos da Mina do Volta Grande em São João del Rei, Minas Gerais, visando recuperação de minerais de terras raras como subprodutos” (edital MCTI/CNPq/CT-Mineral 76/2013).

## 2. OBJETIVOS

O estudo tem como objetivo a caracterização mineralógica de concentrados gerados na planta de beneficiamento da Mina do Volta Grande, com foco nos minerais que são carreadores de elementos terras raras, para orientar futuras modificações para a sua recuperação. Nesse trabalho é dada ênfase ao grupo da microlita, que pode conter ETR na sua estrutura.

## 3. METODOLOGIA

O concentrado da planta de beneficiamento da Mina do Volta Grande, com aproximadamente 160g de material, foi recebido já classificado nas peneiras de 150, 106 e 53 µm (100, 140 e 270 malhas). Toda a massa obtida foi submetida ao processo de separação em meio denso, para o qual foi utilizado iodeto de metileno (d= 3,32 kg/L), como forma de assegurar a ausência de minerais leves nas operações seguintes; as frações flutuadas foram arquivadas. Após a separação em meio denso as frações afundadas foram submetidas a uma separação magnética utilizando-se ímã de mão de ferrita. As frações ferromagnéticas foram arquivadas. Os produtos não-ferromagnéticos das frações +150 e +106 µm passaram por nova separação magnética utilizando-se o separador magnético isodinâmico FRANTZ, com as seguintes correntes nas bobinas: 0,1, 0,3, 0,5, 0,8, 1,0 e 1,8A, gerando as frações atraídas a cada corrente, mais a não atraível (NA). As frações finas, cujo processamento no separador é menos eficiente, foram

arquivadas. Todos os minerais presentes nos produtos da fração +150 µm foram identificados em microscópio estereoscópico, com apoio de espectroscopia Raman em caso de dúvida, descritos e fotografados. Foi utilizado um microscópio estereoscópico ZEISS e um espectrômetro Raman HORIBA JOBIN YVON LABRAM HR acoplado a microscópio petrográfico OLYMPUS, usando-se laser verde (514 nm). Após identificação por microscopia e espectroscopia Raman, alguns grãos de alguns dos minerais identificados foram embutidos em resina, desbastados e polidos. As secções polidas foram recobertas por carbono, para análise ao microscópio eletrônico de varredura (MEV – FEI Quanta 400) acoplado a espectrômetro de fluorescência de raios X por dispersão de energia (EDS – Bruker Nano Esprit 800), operado a 20 kV e *spot size* 5. Além de imagens de elétrons retro-espalhados (cujo nível de cinza é proporcional ao número atômico médio), também foram produzidas análises químicas pontuais. Grãos de siderita foram moídos e analisados por difração de raios X (DRX – Bruker-AXS D8 Advance ECO) para confirmar a identificação do mineral, uma vez que não havia registro na literatura sobre carbonato no pegmatito. Pequenas quantidades das variedades alaranjada vítrea e amarela fosca de microlita, catadas ao microscópio estereoscópico, também foram moídas e analisados por DRX, sobre porta-amostra de silício clivado, que não gera ruído (*zero background*).

#### 4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Os resultados da separação inicial em meio denso estão na Tabela 1, e da separação magnética na Tabela 2. Observa-se boa quantidade de minerais leves nos concentrados: mais de 30% da fração 106x53 µm tem densidade inferior a 3,32 kg/L, o que dilui o concentrado.

**Tabela 1** -Separação em meio denso, D= 3,32 kg.L<sup>-1</sup>(% massa).

Fração (µm)	Massa inicial (g)	Afundado (%)	Flutuado (%)
+150	84,91	90,70	9,30
106x150	34,61	79,68	20,32
53x106	32,81	69,30	30,70
<53	2,91	89,20	10,80

Em termos de produtos da separação magnética, há uma diferença considerável entre as duas frações analisadas, com predomínio de produtos magnéticos a 0,5 e 0,8 A na fração +150 µm, e de produtos não-magnéticos na fração 106x150 µm. Os produtos ferromagnéticos são constituídos principalmente por limalha de ferro, e a separação a 0,1 A teve o objetivo de retirar eventuais partículas ferromagnéticas que escaparam à primeira separação, evitando problemas com campos magnéticos mais intensos. Esses produtos não foram analisados em detalhe.

**Tabela 2** –Separação magnética (% massa).

Fração (µm)	Ferro-magnético	Magn. 0,1 A	Magn. 0,3 A	Magn. 0,5 A	Magn. 0,8 A	Magn. 1,0 A	Magn. 1,8 A	NA
150	7,46	0,34	13,93	36,35	22,68	1,65	4,16	13,43
106x150	9,76	0,35	7,55	13,50	16,33	1,02	3,79	47,69

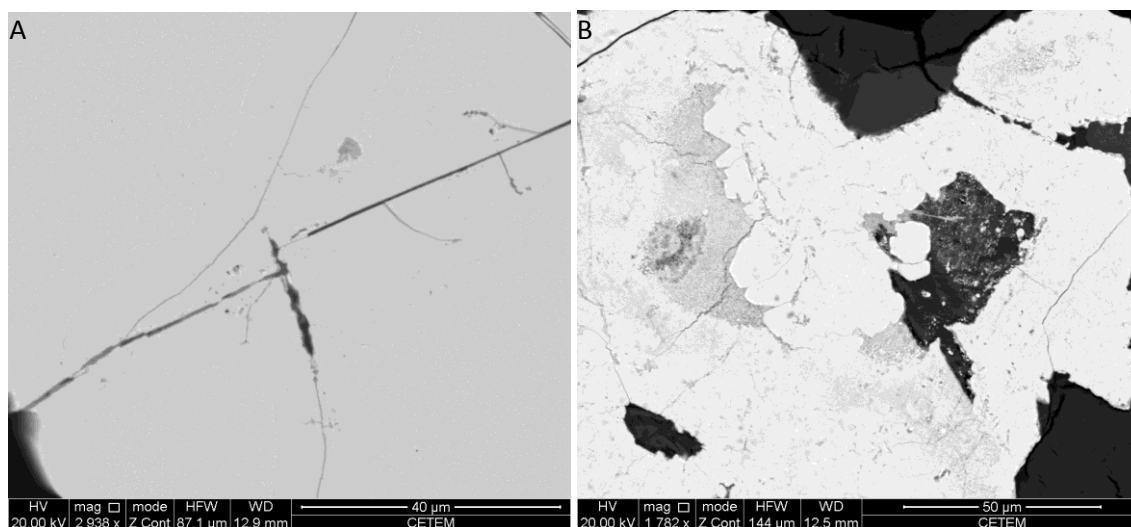
A mineralogia dos diferentes produtos da separação magnética é dada pela Tabela 3.

**Tabela 3** – Minerais identificados por estereomicroscopia e espectroscopia RAMAN.

Corrente no separador (A)	Minerais identificados
0,3	Pirita, ilmenita, granada, hornblenda, clinozoisita, siderita, pirita, albita, óxido/hidróxido de Fe e Mn
0,5	Pirita, clinozoisita, siderita, tantalita, granada, diopsídio, pirita, anfibólio
0,8	Esodumênio, clinozoisita, tantalita, diopsídio, hornblenda, epídoto, pirita, titanita, actinolita
1,0	Espinélio, tantalita, clinozoisita, óxido/hidróxido de Fe e Mn
1,8	Zircão, rutilo, microlita, pirita, cassiterita
Não-atraível	Zircão, microlita

Nenhum dos minerais identificados contém ETR como elemento principal. Nas análises dos grãos embutidos e polidos, no entanto, foram encontradas inclusões de monazita em pirita e siderita. Além disso, teores (em geral muito baixos) de cério foram detectados na microlita.

Como pode ser observado na Figura 1, a microlita apresenta zoneamento composicional, caracterizado por variações nos teores de Nb, Ta, F e Sn (Figura 1A), e inclusões de galena, plagioclásio e muscovita (Figura 1B). Alguns grãos apresentaram teor de 0,03 a 0,17% de Ce em sua composição, ligeiramente acima do limite de detecção.



**Figura 1** : **A)** Zonamento composicional da microlita. **B)** Grão de microlita onde foram encontrados teores de Ce acima do limite de detecção do EDS, com inclusões de mica contendo microlita. Imagens de MEV-EDS.

As análises por difração de raios X confirmaram a identificação de mineral do grupo da microlita, provavelmente fluorcalcimicrolita. Como toda a classificação do supergrupo do pirocloro mudou em 2010 (ATENCIO *et al.* 2010), poucas espécies válidas foram descritas, e um estudo mais detalhado será efetuado com os minerais.

## 5. CONCLUSÕES

As análises mostraram até então que os teores de ETR presentes nos minerais provenientes do pegmatito são muito baixos. Os minerais de ETR foram encontrados apenas como inclusões em siderita e pirita. Microlita, no entanto, pode conter baixos teores de Ce, variando de 0 a 0,07 % nos grãos da fração não atraível e de 0,03- 0,17% na fração de 1,8 A. A microlita equivale à fluorcalciomicrolita de Andrade *et al.* (2013), que não registrou estes baixos teores de Ce.

## 6. AGRADECIMENTOS

Gostaria de agradecer ao CNPq pela bolsa de iniciação científica, aos meus orientadores Reiner Neumann e Ciro Alexandre Ávila pela oportunidade de aprendizado e todo novo conhecimento que está sendo obtido, ao CETEM e toda equipe do laboratório pela ajuda e paciência, a minha colega de projeto Larissa Santana e ao Pedro e Felipe, bolsistas do projeto, por toda a ajuda até agora.

## 7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ANDRADE, M. B. **Estudo cristalográfico de minerais do grupo do pirocloro no Brasil**. 2007. 207 f. : il. Tese (Doutorado) - Departamento de Geociências, Universidade de São Paulo, São Paulo (Brasil).

ANDRADE, M. B. ; ATENCIO, D. ; PERSIANO, A. I. C ; ELLENA, J. Fluorcalciomicrolite,  $(Ca,Na,\square)_2Ta_2O_6F$ , a new microlite-group mineral from Volta Grande pegmatite, Nazareno, Minas Gerais, Brazil. **Mineralogical Magazine**, v. 77, n. 7, p. 2989–2996, 2013.

ATENCIO, D. ; ANDRADE, M. B. ; CHRISTY, A. G. ; GIERÉ, R. ; KARTASHOV, P. M. The pyrochlore supergroup of minerals: nomenclature. **The Canadian Mineralogist** , v. 48 , p. 673-698 , 2010.

LOUBACK, V. ; ÁVILA, C. A. ; NEUMANN, R. Inclusões Sólidas e composição química da gahnita dos pegmatitos da Província Pegmatítica de São João Del Rei, Minas Gerais. In: **XXXVI Jornada Giulio Massarani de Iniciação Científica, Artística e Cultural (JICTAC-2014)**. Rio de Janeiro, 2014. Disponível em: <[https://jic.if.ufrj.br/?page\\_id=495](https://jic.if.ufrj.br/?page_id=495)> Acesso em: 20 jun. 2015.

PEREIRA, R. M. ; ÁVILA, C. A. ; NEUMANN, R. Estudo mineralógico e químico da cassiterita e de suas inclusões sólidas: implicação com a paragênese das mineralizações da Província Pegmatítica de São João Del Rei, Minas Gerais. **Arquivos do Museu Nacional**, Rio de Janeiro, v. 62, n. 3, p. 321-336, 2004.